#### IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Patent Application of

Minoru NAKAMURA et al.

Application No.: Unassigned

Filing Date: January 26, 2004

Group Art Unit: Unassigned

Examiner: Unassigned

Confirmation No.: Unassigned

Title: TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC LATENT IMAGE AND IMAGE-FORMING METHOD

**USING THE SAME** 

#### SUBMISSION OF CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT

Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date of the following priority foreign application(s) in the following foreign country is hereby requested, and the right of priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed.

Country: Japan

Patent Application No(s).: 2003-179254

Filed: June 24, 2003

In support of this claim, enclosed is a certified copy(ies) of said foreign application(s). Said prior foreign application(s) is referred to in the oath or declaration. Acknowledgment of receipt of the certified copy(ies) is requested.

Respectfully submitted,

BURNS, DOANE, SWECKER & MATHIS, L.L.P.

P.O. Box 1404 Alexandria, Virginia 22313-1404 (703) 836-6620

Date: January 26, 2004

Platon N. Mandros

Registration No. 22,124



# JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

2003年 6月24日

出 願 Application Number:

特願2003-179254

[ST. 10/C]:

[JP2003-179254]

出 人 Applicant(s):

ミノルタ株式会社

2003年 7月10日

Commissioner, Japan Patent Office



【書類名】

特許願

【整理番号】

189554

【提出日】

平成15年 6月24日

【あて先】

特許庁長官殿

【国際特許分類】

G03G 9/08

【発明者】

【住所又は居所】

大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号大阪国際ビ

ル ミノルタ株式会社内

【氏名】

中村 稔

【発明者】

【住所又は居所】

大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号大阪国際ビ

ル ミノルタ株式会社内

【氏名】

御厨 義博

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号大阪国際ビ

ル ミノルタ株式会社内

【氏名】

井上 雅偉

【発明者】

【住所又は居所】

大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号大阪国際ビ

ル ミノルタ株式会社内

【氏名】

安野 政裕

【特許出願人】

【識別番号】

000006079

【住所又は居所】

大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号大阪国際ビ

ル

【氏名又は名称】

ミノルタ株式会社

ページ: 2/E

【代理人】

【識別番号】

100086405

【弁理士】

【氏名又は名称】

河宮 治

【選任した代理人】

【識別番号】

100103115

【弁理士】

【氏名又は名称】

北原 康廣

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

163028

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【包括委任状番号】

0113154

【プルーフの要否】

要

## 【書類名】 明細書

【発明の名称】 非接触加熱定着用カラートナーおよび画像形成方法 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも結着樹脂、着色剤および赤外線吸収剤を含有してなり、120  $\mathbb{C}$ におけるトナーの t a n  $\delta$  (損失弾性率G" / 貯蔵弾性率G") が  $3\sim 6$  であることを特徴とする非接触加熱定着用カラートナー。

【請求項2】 120 $\mathbb{C}$ におけるトナーの貯蔵弾性率 $\mathbb{G}$ 'が $1\times10^2$ ( $\mathbb{P}$ a)以上であることを特徴とする請求項1に記載の非接触加熱定着用カラートナー。

【請求項3】 平均円形度が0.940以上であることを特徴とする請求項1または2に記載の非接触加熱定着用カラートナー。

【請求項4】 平均一次粒径が5~50nmの無機微粒子を含有することを 特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の非接触加熱定着用カラートナー。

【請求項 5 】 フラッシュエネルギーが 1.  $0 \sim 5$ . 0 J / c m  $^2$  のフラッシュ定着システムおよび請求項  $1 \sim 4$  のいずれかに記載の非接触加熱定着用トナーを用いることを特徴とする画像形成方法。

## 【発明の詳細な説明】

 $[0\ 0\ 0\ 1]$ 

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、電子写真法、静電記録法等により形成された静電潜像を現像するためのトナー、特に非接触加熱定着方式に適したカラートナーに関する。

[0002]

#### 【従来の技術】

トナー像を転写紙上に加熱定着する方法としては、大別して接触加熱定着方式 と非接触加熱定着方式とがある。非接触加熱定着方式は定着時に粉体トナー像に いかなる部材も接触しない定着方式であり、フラッシュ定着方式、オーブン(雰 囲気)定着方式が主力となっている。

[0003]

フラッシュ定着方式は、感光体または中間転写部材から転写紙上に転写された

粉体トナー像に、たとえば、キセノン、ハロゲンフラッシュランプなどの閃光を 照射し、その輻射熱によりトナー像を溶融して転写紙上に定着させる方法である

オーブン定着方式は、感光体または中間転写部材から転写紙上に転写された粉体トナー像に、たとえば、オーブン雰囲気下で赤外線を照射し、その輻射熱によりトナー像を溶融して転写紙上に定着させる方法である。

## [0004]

このような非接触加熱定着方式は以下に述べるような優れた特徴を持つ。

- ・粉体トナー像がいかなる部材にも接触することなく溶融して定着するので、部 材による像つぶれがなく現像時の解像度を劣化させない。
- ・定着時間が極めて短いため、高速定着が可能である。
- ・定着による待ち時間がないため、クイックスタートが可能である。
- ・厚さ、紙質の異なる転写紙に容易に対応可能である。

#### [0005]

しかしながら、非接触加熱定着方式は非接触で加熱定着を行うため、周囲への エネルギー放散が大きい。また、環境性の観点から、定着エネルギーの低減化が はかられている。そのような状況の中で粉体トナー像に達する光エネルギーの総 量が不足すると、粉体トナー像が充分に溶融することができず、満足する定着性 が得られないという問題点がある。特に、黒色画像とカラー画像とを同時に印字 するフルカラー画像では色ごとに吸収するエネルギー量が異なることから、与え るエネルギー量のコントロールが難しい。

#### [0006]

そこで、充分な溶融定着を実現するために、例えば、特定温度で特定の損失弾性率を有するフラッシュ定着トナー(特許文献1参照)が提案されている。

#### 【特許文献1】

特開平11-184142号公報(請求項1)

#### [0007]

#### 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記のようなトナーでは、画像の種類や定着条件によっては未

だ充分なカラー定着性が得られなかった。例えば、定着エネルギーが比較的少ないと、カラー単色で画像形成するモノカラー画像では所望の色再現性が得られても、フルカラー画像のように、2色あるいは3色重ねた画像を定着させるとき、色再現性低下(混色性低下)の問題が生じる。定着画像がボトル等のラベルに使用された際に、梱包部材等に擦られて画像ににじみや汚れ等の画質低下を招いたり、他の部材に転移する現像が発生する耐スミア性低下の問題が生じる。また、少なくとも片面に既に画像が形成された用紙の紙送りの際に定着画像がローラ等で擦られて画像ににじみや汚れ等の画質低下を起こす現象が発生する耐スミア性低下の問題が生じる。これらの問題、特に色再現性低下(混色性低下)の問題は画像形成装置のシステムスピードが高速になるほど、さらに顕著になる。

#### [0008]

そのような問題、特に色再現性低下の問題を解決するために、定着エネルギー量を強くすると、モノカラー画像では所望の画質が得られても、フルカラー画像のように、2色あるいは3色重ねた比較的付着量の多い画像を定着させるとき、白抜け現象が発生し、画像濃度ムラや光沢度ムラが生じる。白抜け現象は、カラー画像の一部が円形状あるいは楕円状に白く抜けたように見える非接触加熱定着方式特有の現象である。白抜け現象は粉体トナー像が瞬時に過剰溶融したときにトナー間に存在する空気がある程度まとまってトナー像表面に現れることに起因するものと考えられる(突沸現象)。さらには、定着エネルギー量を強くすると、黒トナー部ではエネルギー吸収が過多となり、フルカラー画像においてと同様に突沸現象が発生し、画像濃度ムラや光沢度ムラが生じる。

#### [0009]

本発明は、定着エネルギーが比較的少なくても、フルカラー部において充分な 混色性を示し、広い色再現範囲を示す非接触加熱定着用カラートナーおよびフル カラー画像形成方法を提供することを目的とする。即ち、本発明は、ベタ画像、 網点画像、ハーフトーン画像および文字画像などが混在した画像、黒色画像とカ ラー画像とが混在した画像、ならびにモノカラー部と2色あるいは3色重ねた比 較的付着量の多いフルカラー部とが混在した画像を形成する場合でも、比較的少 ない定着エネルギーで色再現性および画質性に優れた画像を形成可能な非接触加 熱定着用カラートナーおよびフルカラー画像形成方法を提供することを目的とする。

## [0010]

## 【課題を解決するための手段】

本発明は、少なくとも結着樹脂、着色剤および赤外線吸収剤を含有してなり、 120 Cにおけるトナーの t a n  $\delta$  (損失弾性率G" / 貯蔵弾性率G")が  $3\sim6$  であることを特徴とする非接触加熱定着用カラートナーに関する。

## $[0\ 0\ 1\ 1]$

本発明はまた、フラッシュエネルギーが1.0~5.0 J/cm<sup>2</sup>のフラッシュ定着システムおよび上記非接触加熱定着用トナーを用いることを特徴とする画像形成方法に関する。

#### $[0\ 0\ 1\ 2]$

## 【発明の実施の形態】

本発明の非接触加熱定着用カラートナーは120  $\mathbb C$ におけるトナーのt a n  $\delta$  (損失弾性率G" / 貯蔵弾性率G" )が $3\sim 6$  、好ましくは $3\sim 5$  . 5 、より好ましくは $3\sim 5$  、さらに好ましくは3 .  $5\sim 5$  である。本発明においては、トナーにこのような動的粘弾性特性を満足させることにより、トナーが吸収した光エネルギーから変換された熱エネルギーを効果的に生かして一個一個のトナー粒子を適度な溶融状態にすることができる。すなわち、定着エネルギーが比較的少なくても、一個一個のトナー粒子を適度な溶融状態にすることができる。そのため、色再現性(混色性)と白抜け等に関する画質性との両立を達成でき、さらに耐スミア性も向上する。

#### $[0\ 0\ 1\ 3]$

非接触加熱定着用カラートナーの分野で色再現性の低下は2色あるいは3色重ねたフルカラー画像を定着させるときに問題となり易かった。この問題は以下の理由によるものと考えられる;モノカラーのベタ画像では記録媒体上のカラートナー粒子が充分に溶融していなくても実質上は色再現性に大きな差は表れにくい;しかし、2色あるいは3色重ねたフルカラー画像では、記録媒体に近いトナー粒子はエネルギーを記録媒体に奪われやすい等の理由により、記録媒体上のカラ

ートナー粒子の少なくとも一部が充分に溶融していないと、十分な混色が行われず、その混色性の悪化が色再現性の低下として顕著に表れる;その結果としてフルカラー画像としての色再現範囲が狭くなった。そのような色再現性(混色性)の問題は、画像形成装置のシステムスピードが高速になるほど、さらに不利になる傾向にあった。

## [0014]

本発明においては上記のように、定着エネルギーが比較的少なくても、一個一個のトナー粒子を適度な溶融状態とすることができる。そのため、白抜け等の問題を引き起こすことなしに、2色あるいは3色重ねたフルカラー画像においても良好な混色性を確保し、良好な色再現性を達成できる。また記録媒体上のトナーが非接触であっても有効に溶融するため、トナー像高さが低くなり、凹凸が小さくなり、平滑性が上がる。このため光沢度を向上させることができる。

## [0015]

tanδは物質の挙動特性を示すひとつの指標であり、tanδが小さいほど 、当該物質(トナー)が弾性的に挙動する傾向が強いことを意味し、一方でta n δが大きいほど、当該物質(トナー)が粘性的に挙動する傾向が強いことを意 味している。本発明のトナーにおける120℃でのtanδ(損失弾性率G"/ 貯蔵弾性率G')が3未満であると、トナーが定着時に弾性的にエネルギーを貯 蔵する傾向が強すぎるため、フルカラー画像において良好な混色が達成できず、 色再現性の低下が起こる。また120℃でのtanδが6を超えると、トナーが 定着時に粘性的にエネルギーを熱として散逸する傾向が強すぎるため、トナーの 溶融が過剰となり、2色あるいは3色重ねた画像等のトナー付着量の多い画像で 白抜け現象が発生する。この現象は粉体トナー像が瞬時に過剰溶融したときにト ナー流動が起きトナー間に存在する空気がある程度まとまってトナー像表面に現 れ、その部分で色が薄くなり濃淡さが大きくなることが原因と考えられる。白抜 け現象はトナー付着量が比較的少ない画像では発生しにくく、トナー付着量が多 くなるほど発生しやすくなる傾向がある。トナー付着量が多い場合には記録媒体 上でトナー像高さが高くなり、トナー像中に存在する空気の総量が多くなるので 、瞬時の溶融によって白抜け現象が発生し易くなると考えられる。またトナー付 着量が多く記録媒体上でトナー像高さが高くなると、該媒体に近いトナー粒子は エネルギーを媒体に奪われ易いのに対して、媒体に遠いトナー粒子はエネルギー を奪われ難く溶融過多になり易くなるので、白抜け現象が発生し易くなると考え られる。

## [0016]

本明細書中、120  $\mathbb{C}$ におけるトナーの t a n  $\delta$  (損失弾性率G" / 貯蔵弾性率G" )は動的粘弾性測定装置(レオメータ;レオロジカ社製)にて以下の条件下で測定したものを使用している。しかしながら、上記装置によって測定されなければならないというわけではなく、上記装置と同様の原理・原則に従って以下の条件下で測定可能な装置であれば、いかなる装置によって測定されてもよい。

測定治具;直径20mmパラレルプレート

測定周波数;0.1Hz

測定歪;Max5%

測定温度;60~180℃

測定昇温速度;2℃/min

GAP; 1mm

#### $[0\ 0\ 1\ 7]$

本発明のトナーはさらに、120  $\mathbb{C}$ におけるトナーの貯蔵弾性率G'が $1\times 10^2$  (Pa) 以上、特に $2\times 10^2 \sim 5\times 10^3$  (Pa) であることが望ましい。 貯蔵弾性率G' は物質の挙動特性を示す指標であり、当該値が大きいほど弾性的に挙動する傾向が強いことを意味する。トナーにこのような特性を持たすことにより、さらに効果的にトナー流動を抑制できるのでトナー付着量が多い場合において白抜けをより有効に防止できる。

貯蔵弾性率G'は上記 t a n  $\delta$  の測定方法と同様の方法によって測定可能である。

#### [0018]

さらに本発明のトナーでは平均円形度を0.940以上、好ましくは0.94 5以上とすることにより、色再現性および白抜け防止の効果をさらに向上させる ことができる。トナーの平均円形度は大きいほど、記録媒体上のトナー粒子がよ り密に詰まった状態となり2色あるいは3色重ねたフルカラー画像のトナー間に存在する空気の影響を小さくできトナー像が溶融しやすくなる。そのため、混色性を向上することができ、その結果色重ね時の色再現性を向上することができる。またトナー像中の空気の総量が減少するため白抜け防止に対しても効果がある

## [0019]

平均円形度とは、次式:

## 【数1】

により算出される値の平均値であり、1に近い程、真球に近いことを示す。本発明において、平均円形度はフロー式粒子像分析装置(FPIA-2000;東亞医用電子株式会社製)を用いて水分散系で測定を行って得られる値をもって示している。しかし上記装置によって測定されなければならないというわけでなく、原理的に上式に基づいて求めることができる装置であればいかなる装置によって測定されてもよい。

#### [0020]

本発明のカラートナーは上記のような動的粘弾性特性が得られれば、いかなるトナー成分からなっていてよく、また公知のいかなる方法によって製造されてよい。トナーの体積平均粒径は4~9μm、特に4.5~8.5μmが好適である

#### [0021]

本発明のカラートナーは少なくとも結着樹脂、着色剤および赤外線吸収剤(I R吸収剤)を含有してなり、所望により他のトナー成分、例えば、ワックス、荷 電制御剤、無機微粒子、有機微粒子、粉砕助剤、ワックス分散剤等を含む。

#### [0022]

本発明においては、結着樹脂の組成および重量平均分子量(Mw)を調整する

ことにより、トナーの動的粘弾性を制御できる。またワックスの融点および含有 量を調整することによってもトナーの動的粘弾性の制御は可能である。以下、本 発明のカラートナーのトナー成分および製造方法を、動的粘弾性の制御方法とと もに説明する。

#### [0023]

本発明において結着樹脂としては、ポリエステル系樹脂、スチレン系樹脂、エ ポキシ系樹脂等が挙げられる。好ましくはポリエステル系樹脂または/およびス チレン系樹脂を使用する。

## [0024]

ポリエステル系樹脂としては、多価アルコール成分と多価カルボン酸成分を重 縮合させることにより得られたポリエステル系樹脂が使用可能である。

## [0025]

多価アルコール成分のうち2価アルコール成分としては、例えば、ポリオキシ プロピレン $(2, 2) - 2, 2 - \forall x (4 - \forall x)$  プロパン、ポ リオキシプロピレン $(3, 3) - 2, 2 - \forall z (4 - \forall z)$  フェニル)プロ パン、ポリオキシプロピレン(6)-2.2-ビス(4-ヒドロキシフェニル) プロパンポリオキシエチレン(2,0)-2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニ ル)プロパン等のビスフェノールAアルキレンオキサイド付加物、エチレングリ コール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1.2ープロピレン グリコール、1,3-プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、ネオペ ンチルグリコール、1, 4 - ブテンジオール、1, 5 - ペンタンジオール、1. 6-ヘキサンジオール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、ジプロピレング リコール、ポリエチレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、ビスフェ ノールA、水素添加ビスフェノールA等が挙げられる。

#### [0026]

3価以上のアルコール成分としては、例えば、ソルビトール、1.2.3.6 ーヘキサンテトロール、1、4ーソルビタン、ペンタエリスリトール、ジペンタ エリスリトール、トリペンタエリスリトール、1,2,4ーブタントリオール、 1, 2, 5-ペンタントリオール、グリセロール、2-メチルプロパントリオー 、ル、2-メチル-1, 2, 4-ブタントリオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、1, 3, 5-トリヒドロキシメチルベンゼン等が挙げられる。

#### [0027]

また、多価カルボン酸成分のうち2価のカルボン酸成分としては、例えば、マレイン酸、フマル酸、シトラコン酸、イタコン酸、グルタコン酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、シクロヘキサンジカルボン酸、コハク酸、アジピン酸、セバチン酸、アゼライン酸、マロン酸、nードデセニルコハク酸、イソドデセニルコハク酸、nードデシルコハク酸、イソドデシルコハク酸、nーオクテニルコハク酸、イソオクテニルコハク酸、イソオクテニルコハク酸、これらの酸の無水物あるいは低級アルキルエステルが挙げられる。

## [0028]

3価以上のカルボン酸成分としては、例えば、1,2,4ーベンゼントリカルボン酸(トリメリット酸)、1,2,5ーベンゼントリカルボン酸、2,5,7ーナフタレントリカルボン酸、1,2,4ーナフタレントリカルボン酸、1,2,4ーブタントリカルボン酸、1,2,5ーヘキサンントリカルボン酸、1,3ージカルボキシルー2ーメチルー2ーメチレンカルボキシプロパン、1,2,4ーシクロヘキサントリカルボン酸、テトラ(メチレンカルボキシル)メタン、1,2,7,8ーオクタンテトラカルボン酸、ピロメリット酸、エンポール三量体酸、これらの酸の無水物、低級アルキルエステル等が挙げられる。

## [0029]

本発明においては、上記の多価アルコール成分および多価カルボン酸成分のうち、結晶性を有するモノマー(結晶性モノマー)を原料モノマーとして使用したポリエステル系樹脂を使用することによってトナーの動的粘弾性を制御できる。すなわち、結晶性モノマー含有ポリエステル系樹脂を使用したり、または該ポリエステル系樹脂の結晶性モノマー含有量を増大したりすると、トナーの t an  $\delta$  は小さくなり、G は大きくなる。一方、ポリエステル系樹脂の結晶性モノマー含有量を低減すると、トナーの t an  $\delta$  は大きくなり、G は小さくなる。

## [0030]

結晶性モノマーは該モノマーの使用によって、得られるポリエステル系樹脂の結晶化度を高くすることができるようなモノマーであり、線状で2価の脂肪族または脂環族飽和モノマーが使用される。結晶性モノマーにおける「線状」とはモノマー分子の主鎖が炭素含有基を側鎖として有さないことを意味する。なお、結晶性モノマーとしての脂環族モノマーは脂環族部分を主鎖の一部として有している。

## [0031]

アルコール成分の結晶性モノマーとして、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1, 3 ープロピレングリコール、1, 4 ーブタンジオール、1, 5 ーペンタンジオール、1, 6 ーヘキサンジオール、1, 4 ーシクロヘキサンジメタノール、ポリエチレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、1, 3 ープロパンジオール、1, 4 ーシクロヘキサンジエタノール、1, 4 ージヒドロキシシクロヘキサン等が挙げられる。

#### [0032]

カルボン酸成分の結晶性モノマーとして、例えば、1, 4-シクロヘキサンジカルボン酸、コハク酸、アジピン酸、セバチン酸、アゼライン酸、マロン酸、グルタル酸、ピメリン酸、スベリン酸、1, 4-ビス(カルボキシメチル)シクロヘキサン、1, 4-ビス(2-カルボキシエチル)シクロヘキサン等が挙げられる。

#### [0033]

本発明においてはポリエステル系樹脂の重量平均分子量(Mw)を調整することによってもトナーの動的粘弾性を制御できる。すなわち、ポリエステル系樹脂のMwを上げると、トナーの t a n  $\delta$  は小さくなり、G は大きくなる。一方、ポリエステル系樹脂のMwを下げると、トナーの t a n  $\delta$  は大きくなり、G は小さくなる。

#### [0034]

本発明においては、トナーの動的粘弾性を容易に制御する観点から、重量平均 分子量(Mw)の異なる2種類のポリエステル系樹脂を使用することが好ましい 。詳しくは、Mwが7000~30000、特に8000~25000の第1ポリエステル系樹脂と 、 $Mwが30000\sim250000$ 、特に $40000\sim250000$ の第2ポリエステル系樹脂を使用することが好ましい。このとき、第2ポリエステル系樹脂の全ポリエステル系樹脂に対する割合を増大すると、トナーの t a n  $\delta$  は小さくなり、G は大きくなる。一方、第2ポリエステル系樹脂の割合を低減すると、トナーの t a n  $\delta$  は大きくなるくなり、G は小さくなる。

## [0035]

第1および第2ポリエステル系樹脂を使用する場合において、一方のポリエステル系樹脂として結晶性モノマー含有ポリエステル系樹脂を使用し、他方のポリエステル系樹脂として結晶性モノマーフリーのポリエステル系樹脂を使用し、それらの使用割合を調整することによっても、トナーの動的粘弾性を制御できる。特に、第1ポリエステル系樹脂として結晶性モノマー含有ポリエステル系樹脂を使用し、第2ポリエステル系樹脂として結晶性モノマーフリーのポリエステル系樹脂を使用することが好ましい。第1ポリエステル系樹脂として結晶性ポリエステル系樹脂を使用することが好ましい。第1ポリエステル系樹脂として結晶性ポリエステル樹脂を使用することにより、トナーの t an  $\delta$  を小さくし、G'を大きくすることが容易になるからである。

## [0036]

非接触加熱定着用トナーとしての色再現性および耐スミア性をさらに向上させる、あるいは、透光性を必要とするカラートナーにおいて画像の光沢性を制御する観点から、第1ポリエステル系樹脂の軟化点は90~120℃、特に90~110℃であり、第2ポリエステル系樹脂の軟化点は120~150℃、特に120~140℃であることが好ましい。また第1および第2ポリエステル系樹脂のガラス転移点は50~75℃、好ましくは55~70℃とすることが望ましい。これはガラス転移点が低いとトナーの耐熱性が不十分となり、また高すぎると、トナーを粉砕法で製造する際の粉砕性が低下し生産効率が低くなるためである。

## [0037]

第1ポリエステル系樹脂としては、多価アルコール成分としてビスフェノール Aアルキレンオキサイド付加物、所望により結晶性モノマー(特にエチレングリコール)および/またはトリメチロールプロパンを用い、多価カルボン酸成分と してテレフタル酸、フマル酸、ドデセニルコハク酸、ベンゼントリカルボン酸か らなる群より選択される少なくとも1種を主成分として用いて得られたポリエス テル系樹脂が好ましい。

## [0038]

第2ポリエステル系樹脂としては、多価アルコール成分としてビスフェノール Aアルキレンオキサイド付加物を主成分とし、多価カルボン酸成分として3価以 上のカルボン酸成分、特にベンゼントリカルボン酸と、テレフタル酸、フマル酸 、ドデセニルコハク酸からなる群より選択される少なくとも1種とを主成分とし て用いて得られたポリエステル系樹脂が好ましい。

## [0039]

第1ポリエステル系樹脂と第2ポリエステル系樹脂との重量比は、トナーが所望の動的粘弾性を達成できる限り特に制限されず、通常は $10:0\sim6:4$ 、好ましくは $10:0\sim7:3$ とすることが好ましい。

## [0040]

スチレン系樹脂としては以下の原料モノマーからなる樹脂が挙げられる。

スチレン系樹脂の原料モノマーとしては、例えば、スチレン、o-xチルスチレン、m-xチルスチレン、p-xチルスチレン、a-xチルスチレン、p-xチルスチレン、a-xチルスチレン、p-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-xチルスチレン、a-x9カロルな、a-x9カロルな、a-x9カロルな a-x9カロルな a-x

アクリル酸ウンデシル、アクリル酸ドデシル等のアクリル酸アルキルエステル類;アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸等の不飽和カルボン酸;アクリロニトリル、マレイン酸エステル、イタコン酸エステル、塩化ビニル、酢酸ビニル、安息香酸ビニル、ビニルメチルエチルケトン、ビニルヘキシルケトン、ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテルおよびビニルイソブチルエーテル等が挙げられる。スチレン系樹脂の原料モノマーを重合させる際の重合開始剤としては、例えば、2,2'ーアゾビス(2,4ージメチルバレロニトリル、2,2'ーアゾビスイソブチロニトリル、1,1'ーアゾビス(シクロヘキサンー1ーカルボニトリル)、2,2'ーアゾビスー4ーメトキシー2,4ージメチルバレロニトリル等のアゾ系またはジアゾ系重合開始剤、ベンゾイルパーオキサイド、メチルエチルケトンパーオキサイド、イソプロピルパーオキシカーボネート、ラウロイルパーオキサイド等の過酸化物系重合開始剤等が挙げられる。

## [0041]

スチレン系樹脂を使用する場合においても、該樹脂の重量平均分子量(Mw)を調整することによってトナーの動的粘弾性を制御できる。すなわち、スチレン系樹脂のMwを上げると、トナーの t a n δ は小さくなり、 G'は大きくなる。一方、スチレン系樹脂のMwを下げると、トナーの t a n δ は大きくなり、 G'は小さくなる。スチレン系樹脂のMwは、トナーが所望の動的粘弾性を達成できる限り特に制限されず、通常は30000~250000、特に40000~250000が好ましい。スチレン系樹脂を使用する場合においてトナーの製造方法としては後述する乳化重合凝集法、乳化重合法および懸濁重合法のような重合過程を含む湿式重合法を採用可能である。そのような湿式重合法を採用する場合、所定のトナー動的粘弾性を達成するように、 Mwを制御しながら、重合を行えば良い。

#### [0042]

本発明で使用されるエポキシ樹脂としては、ビスフェノールAとエピクロルヒドリンとの重縮合物などが好適に使用できる。例えば、エポミックR362、R364、R365、R367、R369(以上 三井石油化学工業社製)、エポトートYD-011、YD-012、YD-014、YD-904、YD-017(以上 東都化成社製)、エピコート1002、1004、1007(以上

シェル化学社製)等、市販のものも使用できる。

#### [0043]

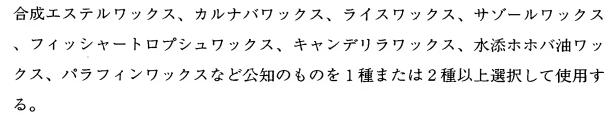
本発明において使用される着色剤としては、公知の顔料及び染料が使用される。例えば、アニリンブルー、カルコイルブルー、クロムイエロー、ウルトラマリンブルー、デュポンオイルレッド、キノリンイエロー、メチレンブルークロリド、銅フタロシアニン、マラカイトグリーンオキサレート、ランプブラック、ローズベンガル、C. I. ピグメント・レッド48:1、C. I. ピグメント・レッド122、C. I. ピグメント・レッド57:1、C. I. ピグメント・レッド184、C. I. ピグメント・イエロー97、C. I. ピグメント・イエロー12、C. I. ピグメント・イエロー17、C. I. ソルベント・イエロー162、C. I. ピグメント・イエロー180、C. I. ピグメント・イエロー185、C. I. ピグメント・ブルー15:3等を挙げることができる。着色剤の含有量は結着樹脂100重量部に対して2~10重量部が好適である。

## [0044]

赤外線吸収剤(IR吸収剤)としては、非接触加熱定着用カラートナーの分野で公知のものが使用される。例えば、シアニン系化合物、ポリメチン系化合物、アミニウム系化合物、ジイモニウム系化合物、フタロシアニン系化合物、メロシアニン系化合物、ベンゼンチオール系金属錯体、メルカプトフェノール系金属錯体、芳香族ジアミン系金属錯体、ニッケル錯体化合物、アントラキノン系化合物、ナフタロシアニン系化合物等が挙げられる。本発明においては、構造式の異なる2種類の化合物を併用することが、本発明の上記目的を達成する観点から好ましい。IR吸収剤の含有量は結着樹脂100重量部に対して0.1~1重量部が好適である。2種類以上のIR吸収剤を使用する場合にはそれらの合計含有量が上記範囲内であればよい。

#### [0045]

本発明のトナーにはワックスを含有させることが好ましい。ワックスとしては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレンおよびエチレンープロピレンコポリマー等のポリオレフィンワックス、モンタン系エステルおよび脂肪酸エステル等の



## [0046]

本発明においては、ワックスの融点および含有量(2種類以上のワックスを使用する場合においては総含有量)を調整することによってトナーの動的粘弾性を制御できる。すなわち、融点がより高いワックスを使用したり、ワックスの含有量を低減したりすると、トナーの t a n  $\delta$  は小さくなり、G 'は大きくなる。一方、融点がより低いワックスを使用したり、ワックスの含有量を増大したりすると、トナーの t a n  $\delta$  は大きくなり、G 'は小さくなる。

## [0047]

トナーの動的粘弾性を容易に制御する観点からは、融点の異なる2種類のワックスを使用することが好ましい。詳しくは、融点が62~95℃、特に65~90℃の第1ワックスと、融点が100~150℃、特に100~140℃の第2ワックスを使用することが好ましい。このとき、第2ワックスの全ワックスに対する割合を増大すると、トナーのtan♂は小さくなり、G'は大きくなる。一方、第2ワックスの割合を低減すると、トナーのtan♂は大きくなり、G'は小さくなる。

#### [0048]

第1ワックスとして合成エステルワックス、第2ワックスとしてポリオレフィンワックスの組み合わせが好ましい。

#### $[0\ 0\ 4\ 9]$

ワックスの含有量は、トナーが所望の動的粘弾性を達成できる限り特に制限されず、通常は結着樹脂 100 重量部に対して $0.5\sim5$  重量部、特に $1\sim4.5$  重量部が好適である。 2 種類以上のワックスを使用する場合は、それらの合計含有量が上記範囲内であればよい。

#### [0050]

本発明のトナーは例えば、いわゆる粉砕法、乳化重合凝集法、乳化重合法、懸

濁重合法および乳化分散法等の公知の方法によって製造され得る。

## [0051]

詳しくは、粉砕法では、結着樹脂、着色剤およびIR吸収剤ならびに他のトナー成分を混合した後、溶融混練し、冷却して、混練物を得る。その後、混練物を、粉砕、分級し、所望により表面改質処理してトナー粒子を得る。IR吸収剤は表面改質処理直前に添加してもよい。

## [0052]

乳化重合凝集法では、結着樹脂を形成し得るモノマー (例えば、前記のスチレン系樹脂の原料モノマー等;以下、「重合性モノマー」という) 等を含む重合組成物を水系分散媒体中、乳化重合し、得られた樹脂微粒子を乳化状態で少なくとも着色剤と凝集・融着させ、洗浄および乾燥してトナー粒子を得る。 I R吸収剤、ワックス、荷電制御剤等はそれぞれ独立して、重合組成物に予め含有されていてもよいし、または着色剤とともに乳化状態で樹脂微粒子と凝集・融着させてもよい。

## [0053]

乳化重合法および懸濁重合法では、重合性モノマー、着色剤およびIR吸収剤ならびに他のトナー成分を含む重合組成物を水系媒体中に乳化または懸濁し、重合した後、洗浄および乾燥してトナー粒子を得る。

乳化分散法では、結着樹脂、着色剤およびIR吸収剤ならびに他のトナー成分を適当な有機溶媒に溶解ないしは分散させて着色樹脂溶液とし、これを水系分散媒体に加えて激しく攪拌することにより、樹脂溶液の液滴を形成する。その後、加熱して液滴から有機溶媒を除去し、洗浄および乾燥してトナー粒子を得る。

## [0054]

本発明のトナーは、上記のような方法で得られたトナー粒子に流動性調整剤が 外添されてなることが好ましい。流動性調整剤としては平均一次粒径が5~50 nm、特に5~30nmの無機/有機微粒子、特に無機微粒子を添加することが 好ましい。トナーにそのような無機/有機微粒子を添加することにより、トナー の流動性が向上し、記録媒体上のトナー粒子がより密に詰まった状態になりトナー粒子同士が接触しやすくなる。また平均一次粒径が上記範囲内であることから 輻射熱によりトナー表面に適度に埋没し、トナー同士が接触しやすくなる。そのため熱が伝わりやすくなり、トナー像が溶融しやすくなるため、混色性をさらに向上させることができる。またトナー像中の空気の総量が減少するため白抜け防止に対してもより効果がある。流動性調整剤の含有量はトナー粒子100重量部に対して0.2~3重量部、特に0.5~2重量部が好適である。2種類以上の流動性調整剤を使用する場合はそれらの合計含有量が上記範囲内であればよい。

## [0055]

無機微粒子としては、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化チタン、炭化ジルコニウ ム、炭化ハフニウム、炭化バナジウム、炭化タンタル、炭化ニオブ、炭化タング ステン、炭化クロム、炭化モリブデン、炭化カルシウム、ダイヤモンドカーボン ラクタム等の各種炭化物、窒化ホウ素、窒化チタン、窒化ジルコニウム等の各種 窒化物、ホウ化ジルコニウム等のホウ化物、酸化物、酸化チタン、酸化カルシウ ム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化銅、酸化アルミニウム、シリカ、コロイ ダルシリカ等の各種酸化物、チタン酸カルシウム、チタン酸マグネシウム、チタ ン酸ストロンチウム等の各種チタン酸化合物、二硫化モリブデン等の硫化物、フ ッ化マグネシウム、フッ化炭素等のフッ化物、ステアリン酸アルミニウム、ステ アリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸マグネシウム、等の各種 金属石鹸、滑石、ベントナイト等の各種非磁性無機微粒子を単独あるいは組み合 わせて用いることができる。特に、シリカ、酸化チタン、アルミナ、酸化亜鉛等 の無機微粒子においては、シランカップリング剤、チタネート系カップリング剤 、シリコーンオイル、シリコーンワニス等の従来から使用されている疎水化処理 剤、さらにはフッ素系シランカップリング剤、またはフッ素系シリコーンオイル 、さらにアミノ基や第4級アンモニウム塩基を有するカップリング剤、変性シリ コーンオイル等の処理剤で公知の方法で表面処理されていることが望ましい。

#### [0056]

本発明の非接触加熱定着用カラートナーを使用するのに適した画像形成方法は 定着エネルギーが比較的小さい定着システムを採用することを特徴とする。その ような画像形成方法を、該方法を採用した図1に示す画像形成装置を用いて説明 する。図1の装置は定着システムとしてフラッシュ定着システムを採用している が、本発明において定着システムは赤外線を用いたオーブン定着システムであってもよい。好ましくはフラッシュ定着システムを採用する。

## [0057]

図1に示すフルカラー画像形成装置においては、ロール状に巻かれた記録媒体1を各送りローラ2によって送るようにし、このように送られる記録媒体1の片面側において、この記録媒体1の送り方向上流側から下流側に向けて、黒色のトナーを記録媒体1に供給する第1の画像形成用ユニット10Bk、シアン色のトナーを記録媒体1に供給する第2の画像形成用ユニット10C、マゼンダ色のトナーを記録媒体1に供給する第3の画像形成用ユニット10M、黄色のトナーを記録媒体1に供給する第4の画像形成用ユニット10Yの順に設けている。

#### [0058]

そして、上記のように送りローラ2によって送られる記録媒体1の片面側に、上記の第1~第4の各画像形成用ユニット10Bk,10C,10M,10Yから上記の各トナーをそれぞれ適当な位置に供給して記録媒体1の片面側にフルカラーのトナー像を連続して形成するようにしている。

#### [0059]

そして、このように片面側に連続してフルカラーのトナー像が形成された記録 媒体1を送りローラ2によってフラッシュランプを用いたフラッシュ定着装置2 0に導き、このフラッシュ定着装置20から記録媒体1の片面に形成されたフル カラーのトナー像に対して非接触の状態で光照射し、この光エネルギーによりフ ルカラーのトナー像を記録媒体1に定着させるようにしている。

#### [0060]

フラッシュランプは例えば、キセノンランプ、ハロゲンランプ等であってよい。好ましくは少なくとも波長域810~840nmに発光スペクトルピークを持つフラッシュランプ、特にキセノンランプを使用する。本発明においてフラッシュランプの発光エネルギー(定着エネルギー)は比較的小さい値、特に1~5J/cm²であっても、フルカラー画像において優れた色再現性を実現できる。そのため、白抜け等の画像ノイズの発生を引き起こすことなく、良好な色再現性を達成できる。また定着エネルギーが比較的小さいために、黒トナー部においてエ

ネルギー吸収が過多となることがなく、突沸現象の発生を回避できる。

## [0061]

画像形成装置のシステムスピードは特に制限されないが、本発明においては90mm/sec以上、特に150~300mm/secという高速であっても、優れた色再現性を実現でき、白抜けや耐スミア性等の画質の問題は起こらない。

またトナー単色の付着量は特に制限されないが、本発明においては複数色のトナー層を重ねる場合において合計付着量が $4\sim6$  g/m $^2$ 、特に $4.5\sim5.5$  g/m $^2$ という比較的大きな値に設定されても、優れた色再現性を実現でき、白抜けや耐スミア性等の画質の問題は起こらない。

また上記の画像形成装置のように、記録媒体としてロール状記録紙のような連続記録媒体を使用する苛酷な画像形成条件であっても、優れた色再現性を実現でき、白抜けや耐スミア性等の画質の問題は起こらない。

## [0062]

上記画像形成装置において第2~第4の各画像形成用ユニット10C, 10M, 10Yには、前記本発明のカラートナーを含む1成分系現像剤または2成分系現像剤が収容される。

第1の画像形成用ユニット10Bkに収容される1成分系現像剤または2成分系現像剤を構成する黒トナーは特に制限されない。黒トナーは例えば、着色剤としてカーボンブラックを使用すること、およびIR吸収剤を使用しないこと以外、前記本発明のカラートナーと同様のトナーであってもよいし、または静電潜像現像用トナーの分野で公知のいかなるトナーであってもよい。

## $[0\ 0\ 6\ 3]$

#### 【実施例】

(ポリエステル樹脂の製造例)

温度計、ステンレス製攪拌棒、流下式コンデンサー、および窒素導入管を取り付けたガラス製4つ口フラスコに、表1に示すモル比でアルコール成分および酸成分を重合開始剤(ジブチル錫オキシド)とともに入れた。これをマントルヒーター中において窒素気流下にて、攪拌加熱しながら220℃で加熱することにより反応させた。そして、この反応の進行は、酸価を測定することにより追跡した

。所定の酸価に達した時点でそれぞれ反応を終了させて室温まで冷却し、ポリエステル樹脂A1~A5を得た。得られたポリエステル樹脂の物性は表2に示す通りである。なお、得られた各ポリエステル樹脂を1mm以下に粗砕したものを以下のトナーの製造で用いた。また、2種以上の樹脂を使用する場合は、それらの樹脂を予め所定の比率で混合して使用した。表中、BPA-POはポリオキシプロピレン(2,2)-2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンを、BPA-EOはポリオキシエチレン(2,0)-2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンを、GLはグリセリンを、EGはエチレングリコールを、CHDMは1,4-シクロヘキサンジメタノールを、TMPはトリメチロールプロパンを、TPAはテレフタル酸を、IPAはイソフタル酸を、CHDAはシクロヘキサンジカルボン酸を、TMAはトリメリット酸を、DSAはイソドデセニル無水コハク酸を、FAはフマル酸を表す。

[0064]

【表1】

	T		т	т	r —	1
长3	F.A.	100	20	ı	ı	ı
	DSA		50	ı	ı	1
	TMA	ı	100	ı	1	5
酸成分	CHDA TMA DSA	ı	ı	1	ı	20
	IPA		1	1	1	45
	ТРА	100	150	100	100	35
アルコール成分	ТМР	ı	1	2	1	ı
	CHDM TMP TPA IPA	İ	1	1	ı	40
	EG	I	ı	65	70	ı
	CL	1	ı	ı	1	ı
	BPA- EO	330	400	30	30	1
	BPA- PO	570	350	ı	ŀ	ı
ポリエステル 樹脂		樹脂 A1	樹脂 A2	樹脂 A3	樹脂 A4	樹脂 A5

[0065]

## 【表2】

ポリエステル 樹脂	Mn	Mw	Mw/Wn	Tg(°C) Tm(°C)	Tm(°C)	酸価 (KOHmg/g)	长歌旬 (KOHmg/g)
樹脂 A1	3800	11400	3.0	60.1	99.2	15.9	22.2
樹脂 A2	4200	128500	30.6	65.1	135.3	14.6	15.6
樹脂 A3	3600	9500	2.6	61.2	9.66	15.3	25.3
樹脂 A4	3200	6100	1.9	61.5	92.8	12.2	. 19.3
樹脂 A5	4500	9300	2.1	62.0	103.5	17.3	23.0

[0066]

## (IR吸収剤の製造例)

IR吸収剤B1 (シアニン化合物)

5-メトキシー1-エチルー3, 3-ジメチルー2-メチレンインドリン(式(b1))2部、2-クロロー1-ホルミルー3-ヒドロキシメチレンシクロへキセン(式(b2))1部、テトラフルオロホウ酸1部及び無水酢酸ナトリウム0. 5部を無水酢酸10部の溶媒中で、1時間煮沸した後室温まで冷却し反応液を吸引ろ過した。この反応液を氷水30部にあけて沈殿した結晶を吸引ろ過した。この結晶をメタノール20部で洗浄、乾燥し、IR吸収剤B1を得た。

[0067]

## 【化1】

$$CH_3$$
  $CH_3$   $CH_2$   $CH_2$   $CH_2$   $CH_3$   $CH_4$   $CH_5$   $CH_5$ 

[0068]

## IR吸収剤B2

式(b1)の化合物の代わりに式(b3)の化合物を、式(b2)の化合物の 代わりに式(b4)の化合物を、テトラフルオロホウ酸の代わりに過塩素酸を使 用したこと以外、IR吸収剤B1の製造方法と同様にしてIR吸収剤B2を得た

## 【化2】

[0069]

## IR吸収剤B3

式(b1)の化合物の代わりに式(b5)の化合物を、式(b2)の化合物の 代わりに式(b6)の化合物を、テトラフルオロホウ酸の代わりに過塩素酸を使 用したこと以外、IR吸収剤B1の製造方法と同様にしてIR吸収剤B3を得た

出証特2003-3055750

【化3】

$$CH_3$$
  $CH_3$   $CH_2$   $CH_2$   $CC_2H_5$   $CC_2H_5$   $CC_2H_5$   $CC_2$   $CC_2$   $CC_2$   $CC_3$   $CC_4$   $CC_4$   $CC_5$   $CC_5$   $CC_6$   $CC_6$ 

[0070]

IR吸収剤C1 (アミニウム化合物)

N、N、N'、N'ーテトラキス(p-ジブチルアミノフェニル)-p-フェニレンジアミン1.38gを酢酸エチルに溶かし、アセトニトリル6ml、過塩素酸ナトリウム0.22g及び1、<math>3-ジアミノプロパン四酢酸の第二鉄錯塩のアンモニウム塩1.13gを水6mlに溶かしたものを加えた。30℃で6時間攪拌した。反応混合物を水洗し、減圧濃縮し、<math>n-へプタンを加えて、析出した結晶を濾取、乾燥し、緑色粉末を得た。

## [0071]

(ワックスの製造例)

ワックス D 1 (エステルワックス)

四つ口フラスコにアルコールとしてペンタエリスリトールを100g及びカルボン酸としてベヘン酸を1050gを加え、窒素気流下、220℃で反応水を留去しつつ、15時間常圧で反応させた。得られたエステル化粗生成物の量は約850gであった。このエステル化粗生成物約850gにトルエン190g及びエタノール90g(エステル化粗生成物100重量部に対し、炭化水素溶媒は20重量部、分離用アルコール溶媒は10重量部)を入れ、更に10%水酸化カリウム水溶液を加え、70℃で30分間攪拌した。その後30分間静置して水層部を除去して脱酸工程を終了した。ついで用いたエステル化粗生成物100重量部に対して、20重量部のイオン交換水を入れて、70℃で30分間攪拌した後、30分間静置して水層部を分離・除去した。廃水のpHが中性になるまで水洗を繰り返し、その後残ったエステル層を180℃、1kPaの減圧条件下で溶媒を留



去し、ろ過を行い、融点84℃のエステルワックスを得た。

[0072]

ワックスD2 (エステルワックス)

アルコール成分としてジペンタエリスリトールを100g、カルボン酸成分としてバルミチン酸を800g使用したこと以外、ワックスD10製造方法と同様にして融点72CのワックスD2を得た。

ワックスD3 (エステルワックス)

アルコール成分としてステアリルアルコールを400g、カルボン酸成分としてステアリン酸を430g使用したこと以外、ワックスD1の製造方法と同様にして融点60CのワックスD3を得た。

[0073]

ワックスE1 (ポリエチレンワックス)

ワックスE2 (ポリオレフィンコポリマーワックス)

反応器中に1000gのプロパン及び250gのプロペン及び30  $\mathbb C$ 、0.5 barの水素及び7barのエチレンを計量し添加する。更にこれらと並行して触媒を製造するために10mgのビス-n-ブチルシクロペンタジエニルジルコニウムジクロライドを $5cm^3$ のトルエン中の10 重量%濃度のメチルアルミノキサン溶液に溶解し、そして15分間静置して予備活性化する。この反応器を70  $\mathbb C$ に加熱し、そして100 rpmで攪拌する。20分後に圧力閉止弁を介して先ほど予備活性化させた触媒を添加することによって、250 rpmで重合を開始する。冷却することによって重合温度70  $\mathbb C$ に調節し、そして更に成分を計量添加することによって気相中の組成を一定に保持する。1時間の重合時間の後に、イソプロパノールを添加して反応を停止させ、そして反応器を通気し、解放する。生成物を減圧乾燥することにより、融点105  $\mathbb C$  のエチレンープロピレンコポリマーを得た。

[0074]

(顔料マスターバッチの製造)

顔料は結着樹脂中に分散させてなる顔料マスターバッチとして使用した。各実施例または比較例で使用する結着樹脂と、各実施例または比較例で使用する顔料;マゼンタ(M)顔料(C. I. Pigment Red 57-1;富士色素社製)、シアン(C)顔料(C. I. Pigment Blue 15-3;大日本インキ社製)またはイエロー(Y)顔料(C. I. Pigment Yellow 180;クラリアント社製);とを 7:3 の重量比で加圧ニーダーに仕込み、120℃で1時間混練した。冷却後、ハンマーミルで粗粉砕して顔料マスターバッチを得た。

#### [0075]

(カラートナーの製造)

実施例1~13および比較例1~5 (粉砕法)

表3および4に示す結着樹脂A、IR吸収剤B、IR吸収剤C、ワックスDおよびワックスEを、表3および4に示す使用量で使用し、さらにM顔料4.0重量部含有相当のマスターバッチ、C顔料5.0重量部含有相当のマスターバッチ、またはY顔料7.0重量部含有相当のマスターバッチを使用した。これらの混合物をヘンシェルミキサーで十分混合した後、2軸押し出し混練機(PCM-63:池貝鉄工社製)を使用して、溶融混練した。得られた混練物を冷却プレスで圧延し、冷却ベルトで冷却した後、フェザーミルで粗粉砕した。その後、機械式粉砕機(KTM:川崎重工業社製)で平均粒径10~12 $\mu$ mまで粉砕し、さらに、ジェット粉砕機(IDS:日本ニューマチック工業社製)で平均粒径 7 $\mu$ mまで粉砕粗粉分級した後、微粉分級をロータ型分級機(ティープレックス型分級機タイプ:100ATP:ホソカワミクロン社製)を使用して行い、体積平均粒径7.5 $\mu$ mのトナー粒子を得た。

#### [0076]

このトナー粒子100重量部に対して平均一次粒径10nmの疎水性シリカ微粒子(ワッカー社製:H2000)を0.5重量部、平均一次粒径15nmの酸化チタン(チタン工業社製:STT30A)を0.5重量部、平均一次粒径が0.2μmのチタン酸ストロンチウムを1.0重量部の割合で添加し、これらをヘンシェルミキサーにより周速40m/secで5分間混合した後、目開き106μmの篩で篩い、トナーを得た。

## [0077]

実施例14(乳化重合凝集法)

n-ドデシル硫酸ナトリウム 0.90 k g と純水 10.0 L を入れ攪拌溶解する。この溶液に、C.I. P i gment Red57-1(富士色素社製) 1.20 k g 、 I R 吸収剤 B10.1 k g を徐々に加え、 1 時間よく攪拌した後に、サンドグラインダー(媒体型分散機)を用いて、 20 時間連続分散した。このものを「着色剤分散液 1」とする。

また、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 0.055 kgとイオン交換水 4.0 Lからなる溶液を「アニオン界面活性剤溶液 A」とする。ノニルフェノールポリエチレンオキサイド 10 モル付加物 0.0 14 kgとイオン交換水 4.0 Lからなる溶液を「ノニオン界面活性剤溶液 B」とする。過硫酸カリウム 223.8 gをイオン交換水 12.0 Lに溶解した溶液を「開始剤溶液 C」とする。

#### [0078]

温度センサー、冷却管、窒素導入装置を付けた1001のGL(グラスライニング)反応釜に、WAXエマルジョン(数平均分子量3000のポリプロピレンエマルジョン:数平均一次粒子径=120nm/固形分濃度=29.9%)3.41kgと「アニオン界面活性剤溶液A」全量と「ノニオン界面活性剤溶液B」全量とを入れ、攪拌を開始する。次いで、イオン交換水44.0Lを加える。加熱を開始し、液温度が75℃になったところで、「開始剤溶液C」全量を滴下して加えた。その後、液温度を75℃±1℃に制御しながら、スチレン12.1kgとアクリル酸nーブチル2.88kgとメタクリル酸1.04kgとtードデシルメルカプタン548gとを滴下しながら投入する。滴下終了後、液温度を80℃±1℃に上げて、6時間加熱攪拌を行った。ついで、液温度を40℃以下に冷却し攪拌を停止し、ポールフィルターで濾過し、これを「ラテックスA」とする。なお、ラテックスA中の樹脂粒子のガラス転移温度は57℃、軟化点は121℃、分子量分布は、重量平均分子量=1.27万、重量平均粒径は120nmであった。

#### [0079]

また、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 0.055kgをイオン交換水

4. 0 L に溶解した溶液を「アニオン界面活性剤溶液 D」とする。また、ノニルフェノールポリエチレンオキサイド 1 0 モル付加物 0. 0 1 4 k g をイオン交換水4. 0 L に溶解した溶液を「ノニオン界面活性剤溶液 E」とする。過硫酸カリウム 2 0 0. 7 g をイオン交換水 1 2. 0 L に溶解した溶液を「開始剤溶液 F」とする。

温度センサー、冷却管、窒素導入装置、櫛形バッフルを付けた100LのGL反応釜に、WAXエマルジョン(数平均分子量3000のポリプロピレンエマルジョン:数平均一次粒子径=120nm/固形分濃度=29.9%)3.41kgと「アニオン界面活性剤溶液D」全量と「ノニオン界面活性剤溶液E」全量とを入れ、攪拌を開始する。次いで、イオン交換水44.0Lを投入する。加熱を開始し、液温度が70℃になったところで、「開始剤溶液F」を添加する。ついで、スチレン11.0kgとアクリル酸nープチル4.00kgとメタクリル酸1.04kgとtードデシルメルカプタン9.02gとをあらかじめ混合した溶液を滴下する。滴下終了後、液温度を72℃±2℃に制御して、6時間加熱攪拌を行った。さらに、液温度を80℃±2℃に上げて、12時間加熱攪拌を行った。液温度を40℃以下に冷却し攪拌を停止する。ポールフィルターで濾過し、この濾液を「ラテックスB」とした。なお、ラテックスB中の樹脂粒子のガラス転移温度は58℃、軟化点は132℃、分子量分布は、重量平均分子量=24.5万、重量平均粒径は110nmであった。

## [0080]

凝集剤としての塩化ナトリウム 5.36 kgをイオン交換水 20.0 Lに溶解した溶液を「塩化ナトリウム溶液 G」とする。フッ素系ノニオン界面活性剤 1.00gをイオン交換水 1.00 Lに溶解した溶液を「ノニオン界面活性剤溶液 H」とする。

温度センサー、冷却管、窒素導入装置、粒径および形状のモニタリング装置を付けた100LosUs反応釜に、上記で作製したラテックスA=20.0kgとラテックスB=5.2kgと着色剤分散液1=0.4kgとイオン交換水20.0kgとを入れ攪拌する。ついで、40Cに加温し、塩化ナトリウム溶液 G、イソプロパノール(関東化学社製)6.00kg、ノニオン界面活性剤溶液 H

をこの順に添加する。その後、10分間放置した後に、昇温を開始し、液温度 5 ℃まで 60分で昇温し、85 ℃  $\pm 2$  ℃にて0.5 ~ 3 時間加熱攪拌して凝集/融着させながら粒径成長させる。次に純水 2.1 Lを添加して粒径成長を停止する。

## [0081]

温度センサー、冷却管、粒径および形状のモニタリング装置を付けた 5 Lの反応容器に、上記で作製した融着粒子分散液 5 . 0 k g を入れ、液温度 8 5  $\mathbb{C}$   $\pm$  2  $\mathbb{C}$  にて、0 . 5  $\sim$  1 5 時間加熱攪拌して形状制御した。その後、4 0  $\mathbb{C}$  以下に冷却し攪拌を停止する。次に遠心分離機を用いて、遠心沈降法により液中にて分級を行い、目開き 4 5  $\mu$  mの篩で濾過し、この濾液を会合液 1 とする。ついで、ヌッチェを用いて、会合液 1 よりウェットケーキ状の非球形状粒子を濾取した。その後、この非球形状粒子をイオン交換水により洗浄し、フラッシュジェットドライヤーを用いて吸気温度 6 0  $\mathbb{C}$  にて乾燥させ、ついで流動層乾燥機を用いて 6 0  $\mathbb{C}$  の温度にて乾燥させ、体積平均粒径 6  $\mu$  mのトナー粒子を得た。

## [0082]

トナー粒子100重量部に対して平均一次粒径10nmの疎水性シリカ微粒子(ワッカー社製:H2000)を0.5重量部、平均一次粒径15nmの酸化チタン(チタン工業社製:STT30A)を0.5重量部、平均一次粒径が0.2μmのチタン酸ストロンチウムを1.0重量部の割合で添加し、これらをヘンシェルミキサーにより周速40m/sec05分間混合した後、目開き $106\mu$ mの篩で篩い、トナーを得た。

#### [0083]

実施例15 (懸濁重合法)

スチレン=165g、n-ブチルアクリレート=35g、C.I.Pigment Red 57-1 (富士色素社製)、IR吸収剤B1=1g、ジーt-ブチルサリチル酸金属化合物=2g、スチレンーメタクリル酸共重合体=8g、パラフィンワックス(mp=70C)=20gを60Cに加温し、TKホモミキサー(特殊機化工業社製)にて12000rpmで均一に溶解、分散した。これに重合開始剤として2、2-アゾビス(2、4-バレロニトリル)=10gを加えて溶解させ、重合性単

量体組成物を調製した。ついで、イオン交換水710gに0.1Mリン酸ナトリウム水溶液450gを加え、TKホモミキサーにT13000rpmで攪拌しながら1.0M塩化カルシウム68gを徐々に加え、リン酸三カルシウムを分散させた懸濁液を調製した。この懸濁液に上記重合性単量体組成物を添加し、TKホモミキサーにT10000rpmで20分間攪拌し、重合性単量体組成物を造粒した。その後、反応装置を使用し、 $75\sim95$ ℃に $T5\sim15$ 時間反応させた。塩酸によりリン酸三カルシウムを溶解除去し、次に遠心分離機を用いて、遠心沈降法により液中にて分級を行い、ついで濾過、洗浄、乾燥させ、体積平均粒径 $6.5\mu$ mのトナー粒子を得た。トナー粒子のガラス転移温度は55℃、軟化点は125℃、分子量分布は、重量平均分子量=12万であった。

## [0084]

トナー粒子 100 重量部に対して平均一次粒径 10 n mの疎水性シリカ微粒子(ワッカー社製:H2000)を0.5 重量部、平均一次粒径 15 n mの酸化チタン(チタン工業社製:STT30A)を0.5 重量部、平均一次粒径が0.2  $\mu$  mのチタン酸ストロンチウムを1.0 重量部の割合で添加し、これらをヘンシェルミキサーにより周速 40 m/secで 5 分間混合した後、目開き 106  $\mu$  mの篩で篩い、トナーを得た。

## [0085]

【表3】

		Φ	Σ	≥	Σ	Σ	Σ	Σ	Σ	O	>	Σ	Σ	Σ	Σ	Σ	≥
	ワックスE	重量部数(部)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5		
}	0	種類	四	ם	ᇤ	ᇤ	ᇤ	<u></u>	E	E	田	ᇤ	E	Ē	E2		
	ワックスロ	重量部数(部)	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	1.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5		
	2	種類	۵	10	10	<u>D</u>	10	10	10	10	10	٥	2	D2	۵		
岩	吸収剤の	重量部数 (部)	1		1	0.15	0.3		}		I			0.3	0.3		
バルク組成	IR 9	種類	1	ı	ı	2	2	ı		ı	ı	ı	ı	2	2		
×	IR吸収剤B	重量部数 (部)	0.3	0.3	0.3	0.15	. 0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3		
į		種類	B1	18	B1	B1	B1	B1	<u>m</u>	B1	<u>B</u>	B2	<b>B</b> 3	B1	B1		
		重量部数 (部)	20	20	ı	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20		
	樹脂 A	種類	A2	A2	_	A2	A2	A2	A2	A2	A2	A2	A2	A2	A2	+	
	_	重量部数(部)	80	80	100	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	乳化重合凝集户	殿 濁重合トナー
		種類	A1	A3	A3	A1	A1	A.	A1	¥	¥	F	A1	A A	A.	粗化	暖
			実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	<b>実施例 10</b>	東施例 11	<b>実施例 12</b>	実施例 13	実施例 14	<b>実施例 15</b>

[0086]

## 【表4】

	1		$\overline{}$	Т	T	$\overline{}$	т —
		45)	Σ	≥	≥	≥	Σ
	ワックスE	重量部数(部)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	0	種類	E1	E	ш	E	E1
	ワックスロ	重量部数(部)	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
	2	種類	5	۵	10	5	D3
tak	IR吸収剤C	重量部数(部)		1	1	ı	1
バルク組成	IR I	種類	ı	1	ı	ı	1
×	反剤 B	重量部数(部)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	IR 吸	種類	18	B1	B1	<u>B</u>	B1
	樹脂A	重量部数 (部)	20	1	1	1	20
		種類	A2	1	ı	ı	A2
	結着和	重量部数 (部)	80	100	100	100	80
		種類	A4	<b>A</b> 5	A2	A1	<b>A1</b>
			比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5

[0087]

(キャリアの製造)

ページ: 33/

キャリアF1 (コート型キャリアの製造)

アクリル変性シリコーン樹脂 K R 9 7 0 6 (信越化学工業社製) 2 0 重量部をメチルエチルケトン 4 0 0 m l に溶解してコーティング溶液を調整した。このコーティング溶液をスピラコータ(岡田精工社製)を用いて平均粒径 5 0  $\mu$  mの C u -2 n 系フェライト粒子にスプレーし、樹脂被覆を行い、次いで、 1 8 0  $^{\circ}$  に加熱して 3 0 分間被覆樹脂の硬化を行ってアクリル変性シリコーン樹脂被覆キャリアを作製した。キャリアバルクを取り出し、粉砕機で解砕し、 9 0  $\mu$  mの フルイで分級し、さらに磁力選別を行い低磁力成分を除去し平均粒径 5 0  $\mu$  mの 樹脂被覆フェライトキャリアを作製した。

[0088]

キャリアF2 (バインダ型キャリアの製造)

ポリエステル系樹脂(花王社製:NE-1110)100重量部、磁性粒子(マグネタイト;EPT-1000:戸田工業社製)700重量部およびカーボンブラック(モーガルL;キャボット社製)2重量部をヘンシェルミキサーで充分混合し、二軸押出混練機でシリンダ部180 $^{\circ}$ 、シリンダヘッド部170 $^{\circ}$ に設定し、溶融混練した。この混練物を冷却しその後、ハンマーミルで粗粉砕しジェット粉砕機で微粉砕、分級して体積平均粒径40 $^{\circ}$ mのキャリア粒子を得た。

[0089]

<トナー評価>

(トナー物性)

実施例および比較例のトナーの120  $\mathbb{C}$ における t a n  $\delta$  および $\mathbb{G}$  ならびにトナー粒子の平均円形度を前記した方法に従って測定した。

[0090]

(耐熱性)

トナー20gをガラス瓶に入れ、50℃の高温下に24hr放置後、そのトナーを目視で確認することにより行なった。

○:凝集トナーがなく、全く問題なし。

△:軽い軟凝集が存在するが、軽い力ですぐ解れ、実用上問題ないもの。

×:強い凝集塊が存在し、容易には解れないもので実用上問題あり。

## [0091]

## 【表5】

		トナー物性			
	tan δ (120°C)	G' (120°C)	平均円形度	耐熱性	キャリア
実施例 1	4.5	$2.6 \times 10^{2}$	0.945	0	F1
実施例 2	3.1	$8.3 \times 10^{2}$	0.942	0	F1
実施例3	5.8	$3.1 \times 10^{3}$	0.941	0	F1
実施例 4	4.3	$3.0 \times 10^{2}$	0.944	0	F1
実施例 5	4.7	$2.5 \times 10^{2}$	0.943	0	F1
実施例 6	4.0	$4.2\times10^2$	0.946	0	F1
実施例 7	4.5	$2.6 \times 10^{2}$	0.945	0	F2
実施例8	4.5	$2.6 \times 10^{2}$	0.944	0	F1
実施例 9	4.5	$2.6 \times 10^{2}$	0.945	0	F1
実施例 10	4.5	$2.6 \times 10^{2}$	0.944	0	F1
実施例 11	4.5	$2.6 \times 10^{2}$	0.943	0	F1
実施例 12	3.8	$5.5 \times 10^{2}$	0.944	0	F1
実施例 13	4.8	$2.5 \times 10^{2}$	0.945	0	F1
実施例 14	3.4	$6.8 \times 10^{2}$	0.973	0	F1
実施例 15	3.3	$8.8 \times 10^{2}$	0.978	0	F1
比較例 1	1.8	$1.0 \times 10^3$	0.942	0	F1
比較例 2	9.3	$5.1 \times 10^{2}$	0.941	0	F1
比較例3	2.1	$3.2 \times 10^{3}$	0.942	0	F1
比較例 4	11.7	$6.7 \times 10^{1}$	0.943	0	F1
比較例 5	6.9	$8.2 \times 10^{1}$	0.942	×	F1

## [0092]

## <画像評価>

実施例および比較例のカラートナーを表 5 に記載のキャリアと特定のトナー混合比になるように調合し、架台にて 3 0 分混合しカラースタータを作製した。トナー混合比はキャリア F 1 を使用する場合で 5 重量%であった。

## [0093]

## 実験例1~18

スタータを、図1に示す非接触定着システム構成のフルカラー画像形成装置 (システムスピードを200mm/secに改造) に搭載し、連続紙を用いて、画

像を形成した。スタータは各トナーの色の画像形成用ユニットに供給した。画像形成用ユニット10Bkにはスタータは供給しなかった。非接触定着システム(キセノンランプ)における定着パワーは $3.5J/cm^2$ であった。なお、各実験例で使用されるカラースタータは各スタータに含まれるカラートナーが表6に示す実施例または比較例のマゼンタトナー(M)、シアントナー(C)およびイエロートナー(Y)の組み合わせになるように使用した。さらに、画像の形成に際しては、トナー単色の付着量が $5g/m^2$ になるように設定し、単色(Y、M、C)画像、2色重ね(R、G、B)( $10g/m^2$ )画像および3色重ね画像( $15g/m^2$ )からなる多色画像であって、各色ごとにベタ画像、網点画像、ハーフトーン画像および文字画像が混在した画像を形成した。

[0094]

(色再現性)

単色 (Y, M, C) と 2 色重ね (R, G, B) の画像を観察し、以下のように ランク付けを行った。

- ○;すべての画像ともに色再現性が良かった;
- △;2色重ね画像で少し色再現性が落ちるが実用上問題がなかった;
- ×;どれかの画像で色再現性が悪く画像品質上問題があった。

[0095]

(カラー白抜け)

単色(Y、M、C)、2色重ね(R、G、B)および3色重ね(1.5 g/ $m^2$ )の画像を観察し、以下のようにランク付けを行った。

- ○;全ての画像で白抜けが発生しなかった;
- △;どれかの画像で白抜けがわずかに発生したが実用上問題がなかった;
- ×;どれかの画像で白抜けが発生し画像品質上問題があった。

[0096]

(スミア性)

単色のベタ画像と別の未使用の複写紙をこすり併せて、その未使用複写紙の汚れ具合を観察し、以下のようにランク付けを行った。

○:汚れがなかった:

△;若干汚れが観察されたが実用上問題なかった(実用上問題のないレベル);

×;全紙面に汚れが見られた。

[0097]

## 【表 6】

	カラース	スタータ(トナ	一種)	画像評価				
	М	С	Υ	色再現性	白抜け	スミア性		
実験例1	実施例1	実施例8	実施例 9	0	0	0		
実験例 2	実施例 2	実施例8	実施例 9	0	0	0		
実験例3	実施例3	実施例8	実施例 9	0	0	0		
実験例 4	実施例4	実施例8	実施例 9	0	0	0		
実験例 5	実施例 5	実施例8	実施例 9	0	0	0		
実験例 6	実施例 6	実施例8	実施例9	0	0	0		
実験例 7	実施例 7	実施例8	実施例 9	0	0	0		
実験例8	実施例 10	実施例8	実施例 9	0 ~	0	0		
実験例 9	実施例 11	実施例8	実施例 9	0	0	0		
実験例 10	実施例 12	実施例8	実施例9	0	0	0		
実験例 11	実施例 13	実施例8	実施例 9	0	0	0		
実験例 12	実施例 14	実施例8	実施例 9	0	0	0		
実験例 13	実施例 15	実施例8	実施例 9	0	0	0		
実験例 14	比較例1	実施例8	実施例 9	X 1)	0	0		
実験例 15	比較例 2	実施例8	実施例 9	0	X <sup>2)</sup>	0		
実験例 16	比較例3	実施例8	実施例 9	× 1)	0	×		
実験例 17	比較例4	実施例8	実施例 9	0	X 2)	0		
実験例 18	比較例 5	実施例8	実施例9	X 1)	0	0		

- 1)マゼンタトナーを含む2色重ね画像(R、B)の色再現性が悪かった。
- 2)マゼンタトナーを含む2色重ね画像(R、B)および3色重ね画像で白抜けが 発生した。

[0098]

(ブラック白抜け)

<ブラックトナーの製造>

ブラックトナーBkを製造するにあたっては、ポリエステル系樹脂Al 100重量部に対してカーボンブラック(キャボット社製:モーガルL)を8重量部、帯電制御剤のサリチル酸ホウ素錯体(日本カーリット社製:LR151)を1重量部の割合にし、これらを2軸押出混練機(池貝鉄工社製:PCM-30)により溶融混練し、この混練物をプレスローラで2mmの厚みに圧延し、冷却ベルトにより冷却した後、これをフェザーミルにより粗粉砕した。これを機械式粉砕

機(川崎重工業社製:KTM)によって粉砕し、さらにジェット粉砕機(日本ニューマチック工業社製:IDS)で粉砕した後、ロータ型分級機(ホソカワミクロン社製:ティープレックス型分級機100ATP)を使用して分級し、体積平均粒径が $7.2\mu$ mのブラックのトナー粒子を得た。このトナー粒子100重量部に対して、疎水性シリカ(ワッカー社製:H2000)を0.5重量部、酸化チタン(チタン工業社製:STT30A)を0.5重量部、平均粒径が $0.2\mu$ mのチタン酸ストロンチウムを1.0重量部の割合で添加し、これらをヘンシェルミキサーにより周速40m/secで60秒間混合処理した後、目開き $90\mu$ mの篩でふるい、ブラックトナーBkを得た。ブラックトナーはキャリアF2とトナー混合比が7重量%になるように調合したこと以外、上記スタータの製法と同様の方法で、ブラックスタータを作製した。

## [0099]

ブラックスタータを使用したこと以外、上記カラー白抜け評価方法と同様の方法でブラックトナーの単色ベタ画像( $5 \, \mathrm{g/m^2}$ )の白抜けを評価した。結果は、白抜けは発生せず、良好な画像であった。

## [0100]

(各種物性評価方法)

<ガラス転移点(Tg)測定法>

示差走査熱量計(DSC-200:セイコー電子社製)を用い、測定する試料  $10\,\mathrm{mg}$  を精密に秤量して、これをアルミニウムパンに入れ、リファレンスとしてアルミナをアルミニウムパンに入れたものを用い、昇温速度  $30\,\mathrm{C/min}$  で 常温から  $20\,\mathrm{Col}$  で 引温させた後、これを冷却し、昇温速度  $10\,\mathrm{C/min}$  で  $20\,\mathrm{Col}$  で 間で測定を行い、この昇温過程で  $30\,\mathrm{Col}$  の範囲におけるメイン吸熱ピークのショルダー値を  $\mathrm{Tg}$  とした。

## [0101]

#### <軟化点(Tm)測定法>

フローテスター(CFT-500:島津製作所社製)を用い、測定する試料1 .0gを秤量し、h1.0mm×φ1.0mmのダイを使用し、昇温速度3.0 ℃/min、予熱時間180秒、荷重30kg、測定温度範囲60~140℃の 条件で測定を行い、上記の試料が1/2流出したときの温度を樹脂軟化点(Tm)とした。

## [0102]

#### <酸価測定方法>

10mgの試料をトルエン50mlに溶解し、0.1%のブロムチモールブルーとフェノールレッドの混合指示薬を用いて、予め標定されたN/10水酸化カリウム/アルコール溶液で滴定し、N/10水酸化カリウム/アルコール溶液の消費量から算出した値である。

#### <水酸価>

水酸価は、秤量された試料を無水酢酸で処理し、得られたアセチル化合物を加水分解し、遊離する酢酸を中和するのに必要な水酸化カリウムmgで表した。

## [0103]

<数平均分子量(Mn) および重量平均分子量(Mw) の測定法>

ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(807-IT型:日本分光工業社製)を用いて測定を行ない、カラムを40 に保ち、キャリア溶媒としてテトラヒドロフランを $10 \text{ kg/cm}^3$  で流し、測定する試料 30 mg をテトラヒドロフラン 20 ml に溶解させ、この溶液 0.5 mg を上記キャリア溶媒とともに導入して、ポリスチレン換算により求めた。

#### [0104]

#### 【発明の効果】

本発明のカラートナーおよび画像形成方法を採用すると、定着エネルギーが比較的少なくても、フルカラー部において充分な混色性を呈し、広い色再現範囲を示すフルカラー画像を形成可能である。また、ベタ画像、網点画像、ハーフトーン画像および文字画像などが混在した画像、黒色画像とカラー画像とが混在した画像、ならびにモノカラー部と2色あるいは3色重ねた比較的付着量の多いフルカラー部とが混在した画像を形成する場合でも、比較的少ない定着エネルギーで色再現性および画質性に優れた画像を形成可能である。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明のトナーを使用するのに適したフルカラー画像形成装置の

ページ: 39/E

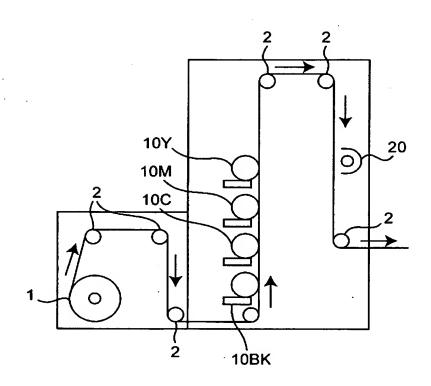
一例の概略構成図を示す。

## 【符号の説明】

1:記録媒体、2:送りローラ、10Bk、10C、10M、10Y:画像形成用ユニット、20:フラッシュ定着装置。

【書類名】 図面

【図1】



## 【書類名】 要約書

## 【要約】

【課題】 定着エネルギーが比較的少なくても、フルカラー部において充分 な混色性を示し、広い色再現範囲を示す非接触加熱定着用カラートナーおよびフ ルカラー画像形成方法を提供すること。

【解決手段】 少なくとも結着樹脂、着色剤および赤外線吸収剤を含有してなり、120 Cにおけるトナーの t a n  $\delta$  (損失弾性率G" / 貯蔵弾性率G") が $3\sim6$  であることを特徴とする非接触加熱定着用カラートナー。フラッシュエネルギーが $1.0\sim5.0$  J/c m 2 のフラッシュ定着システムおよび上記非接触加熱定着用トナーを用いることを特徴とする画像形成方法。

【選択図】 なし

## 特願2003-179254

## 出願人履歴情報

識別番号

[000006079]

1. 変更年月日

1990年 8月27日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号 大阪国際ビル

氏 名 ミノルタカメラ株式会社

2. 変更年月日

1994年 7月20日

[変更理由]

名称変更

住 所

大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号 大阪国際ビル

氏 名 ミノルタ株式会社